PURIFICATION OF SULFURYL FLUORIDE

Publication number: WO03066520 Publication date: 2003-08-14

Inventor:

EICHER JOHANNES (DE); MAREK MATTHIAS (DE);

HIRSCH LORE (DE)

Applicant:

SOLVAY FLUOR & DERIVATE (DE); EICHER

JOHANNES (DE); MAREK MATTHIAS (DE); HIRSCH

LORE (DE)

Classification:

- International:

B01D53/04; C01B17/45; B01D53/04; C01B17/00;

(IPC1-7): C01B17/45; B01D53/02

- european:

B01D53/04; C01B17/45

Application number: WO2003EP00917 20030130

Priority number(s): DE20021004935 20020207

Also published as:

EP1474358 (A1) US7014831 (B2) US2005022664 (A1) EP1474358 (A0) DE10204935 (A1)

more >>

Cited documents:

US4950464 US6143269 DE10111302

■ DE10111303■ DE4343689■ US6224840

Report a data error here

Abstract of WO03066520

Depending on the way it is produced or used, sulfuryl fluoride can be contaminated with sulfur dioxide and possibly with other impurities such as sulfuryl chloride fluoride. According to the invention, sulfur dioxide and if applicable sulfuryl chloride fluoride are separated by using aluminum oxide as an adsorbing agent, whereby no activated carbon is required as an additional agent.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

This Page Blank (uspto)

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum 14. August 2003 (14.08.2003)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer WO 03/066520 A1

(51) Internationale Patentklassifikation⁷: B01D 53/02 C01B 17/45,

(21) Internationales Aktenzeichen:

PCT/EP03/00917

(22) Internationales Anmeldedatum:

30. Januar 2003 (30.01.2003)

(25) Einreichungssprache:

Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache:

Deutsch

(30) Angaben zur Priorität: 102 04 935.1 7. Februar 2002 (07.02.2002)

- (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): SOLVAY FLUOR UND DERIVATE GMBH [DE/DE]; Hans-Böckler-Allee 20, 30173 Hannover (DE).
- (72) Erfinder; und
- (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): EICHER, Johannes [DE/DE]; Blumenstrasse 67, 74229 Oedheim (DE). MAREK, Matthias [DE/DE]; Am Edelberg 14, 74254 Offenau (DE). HIRSCH, Lore [DE/DE]; Schafgrube 9, 74177 Bad Friedrichshall (DE).
- (74) Anwalt: FISCHER, Reiner; Solvay Pharmaceuticals GmbH, Hans-Böckler-Allee 20, 30173 Hannover (DE).

- (81) Bestimmungsstaaten (national): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (84) Bestimmungsstaaten (regional): ARIPO-Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, SI, SK, TR), OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

- mit internationalem Recherchenbericht
- vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen eintreffen

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

(54) Title: PURIFICATION OF SULFURYL FLUORIDE

(54) Bezeichnung: REINIGUNG VON SULFURYFLUORID

(57) Abstract: Depending on the way it is produced or used, sulfuryl fluoride can be contaminated with sulfur dioxide and possibly with other impurities such as sulfuryl chloride fluoride. According to the invention, sulfur dioxide and if applicable sulfuryl chloride fluoride are separated by using aluminum oxide as an adsorbing agent, whereby no activated carbon is required as an additional agent.

(57) Zusammenfassung: Herstellungs- oder anwendungsbedingt kann Sulfuryfluorid mit Schwefeldioxid und gegebenenfalls anderen Verunreinigungen wie beispielsweise Sulfurylchloridfluorid verunreinigt sein. Es wurde festgestellt, dass Aluminiumoxid als Adsorptionsmittel die Abtrennung von Schwefeldioxid und, falls enthalten, auch von Sulfurylchloridfluorid ermöglicht. Die zusätzliche Verwendung von Aktivkohle erübrigt sich dadurch.



03/066520 A

WO 03/066520 PCT/EP03/00917

Reinigung von Sulfurylfluorid

Beschreibung

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Herstellung von gereinigtem Sulfurylfluorid aus Sulfurylfluorid, das mit Schwefeldioxid verunreinigt ist.

Sulfurylfluorid ist ein Begasungsmittel, beispielsweise zur Anwendung in Museen. Es kann aus Schwefeldioxid, Chlor und Fluorwasserstoff über Katalysatoren hergestellt werden. Herstellungsbedingt, auch bei anderen Herstellungsverfahren, oder anwendungsbedingt, kann Schwefeldioxid als Verunreinigung enthalten sein. Es ist wünschenswert, wenn das Schwefeldioxid aus dem damit verunreinigten Sulfurylfluorid abgetrennt wird.

Das US-Patent 4,950,464 lehrt, daß Thionylfluorid, saure Bestandteile, Wasser und "bestimmte andere Verunreinigungen" mit aktiviertem Aluminiumoxid abgetrennt werden können. Mit Aktivkohle, so das genannte US-Patent, könne Schwefeldioxid, Fluorwasserstoff, chlorierte Kohlenwasserstoffe und bestimmte andere Verunreinigungen abgetrennt werden. Die Adsorptionsmittel können auch hintereinander eingesetzt werden.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, ein Verfahren anzugeben, mit welchem die Reinigung von Sulfurylfluorid, welches Schwefeldioxid enthält, vereinfacht wird.

Diese Aufgabe wird durch das Verfahren der vorliegenden Erfindung gelöst.

Das erfindungsgemäße Verfahren zur Herstellung von gereinigtem Sulfurylfluorid aus Sulfurylfluorid, welches mit Schwefeldioxid verunreinigt ist, sieht vor, daß man das mit Schwefeldioxid verunreinigte Sulfurylfluorid in einer Adsorptionsstufe mit Aluminiumoxid kontaktiert, um Schwefeldioxid abzutrennen.

Bevorzugt setzt man aktiviertes Aluminiumoxid ein.

Das Aluminiumoxid kann in beliebiger Form eingesetzt werden, beispielsweise als Granulat oder als Pulver. Es dient dazu, das Schwefeldioxid zu adsorbieren. Andere Verunreinigungen wie Thionylfluorid, saure Bestandteile, Wasser und Sulfurylchloridfluorid, sofern vorhanden, werden ebenfalls adsorbiert. Aktivkohle ist nicht notwendig, insbesondere dann nicht, wenn herstellungsbedingt keine chlorierten Kohlenwasserstoffe enthalten sind. Bevorzugt wird Aktivkohle also nicht eingesetzt, und die Verwendung einer einzigen Adsorptionsmittelsorte ist natürlich verfahrenstechnisch vorteilhaft.

Selbstverständlich kann man auch mehrere Adsorptionsstufen mit Aluminiumoxid vorsehen. Die erfindungsgemäße Reinigung unter Verwendung einer Aluminiumoxid-Adsorptionsstufe kann natürlich mit üblichen Reinigungsmaßnahmen wie Kontaktieren mit Reinigungslösungen, beispielsweise mit Wasser, schwach alkalischen Lösungen, insbesondere schwach alkalischen wäßrigen Lösungen, oder mit einer oxidativen Wäsche, beispielsweise mit einer wäßrigen Wasserstoffperoxidlösung, kombiniert werden. Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform kontaktiert man das Sulfurylfluorid zunächst mit einer oxidativen Wäsche, vorzugsweise einer wäßrigen Wasserstoffperoxidlösung. Anschließend wird das derart vorbehandelte Sulfurylfluorid durch eine oder mehrere Aluminiumoxid-Adsorptionsmittelstufen geleitet.

Das Kontaktieren des Sulfurylfluorids mit Aluminiumoxid wird üblicherweise in einem Temperaturbereich von -30 °C bis +100 °C, vorzugsweise Umgebungstemperatur, und einem Druck im Bereich von 0 bis 20 bar, vorzugsweise bei Umgebungsdruck, insbesondere in der Gasphase durchgeführt.

Das erfindungsgemäße Verfahren weist den Vorteil auf, daß nur eine Sorte an Adsorptionsmittel, nämlich Aluminium-oxid, verwendet werden muß. Schwefeldioxid und andere Verunreinigungen wie beispielsweise Sulfurylchloridfluorid können zuverlässig abgetrennt werden.

Die folgenden Beispiele sollen die Erfindung weiter erläutern, ohne sie in ihrem Umfang einzuschränken.

Allgemeines:

Das verwendete Compalox® (AN/V-850) ist ein Handelsprodukt der Firma Martinswerk GmbH, Bergheim, Deutschland. Es handelt sich um ein aktives, körniges Aluminiumoxid.

Durchschnittsanalyse: 90 Gew.-% Al₂O₃

Glühverlust: 9 Gew.-%
Porenvolumen: 0,35 cm³/g

spezifische Oberfläche: 200 - 260 m²/g

Standardkörnung: 5 - 10 mm Schüttdichte: 850 kg/m³

Beispiel 1:

 SO_2F_2 -Reinigung, hoher SO_2 -Startgehalt

In ein Glasrohr mit einem Inhalt von 250 ml wurden 200 ml Compalox® eingefüllt. Durch das gefüllte Glasrohr wurden bei 20 °C und 1 bar abs. 380 g Sulfurylfluorid (SF) mit einem Gehalt von 250 ppm SO₂ hindurchgeleitet. Die Kontaktzeit betrug dabei 3 sec. Nach der Compalox®-Passage wurde ein SO₂-

WO 03/066520 PCT/EP03/00917

Gehalt von 100 ppm festgestellt. (Analysenmethode: GC und Dräger-Meßröhrchen SO_2).

Beispiel 2:

Versuchsaufbau, Versuchsverlauf, Analytik und eingesetzte Mengen wie in Beispiel 1. Der SO_2 -Gehalt war zuvor in einem H_2O_2 -Wäscher von 250 ppm auf 50 ppm reduziert worden.

Ergebnis:

Startwert SO₂: 50 ppm Endwert SO₂: 32 ppm

Beispiel 3:

Großversuch, geringer SO2-Startgehalt

In ein Stahlrohr mit einem Inhalt von 100 l wurden 85 kg Compalox® eingefüllt. Durch das gefüllte Stahlrohr wurden bei 20 °C und 1 bar abs. 418 kg Sulfurylfluorid (SF) mit einem Gehalt von 25 ppm SO_2 hindurchgeleitet. Die Kontaktzeit betrug dabei 20 sec. Nach der Compalox®-Passage wurde ein SO_2 -Gehalt von 10 ppm festgestellt. (Analysenmethode: GC und Dräger-Meßröhrchen SO_2).

Beispiel 4:

Feinreinigung

Durch das bereits in Beispiel 3 verwendete Compalox® wurden unter den gleichen physikalischen Bedingungen weitere 527 kg SF mit einem SO_2 -Gehalt von 10 bis 15 ppm geleitet. Da das eingesetzte SF aus einem laufenden SF-Prozeß stammte, wurden unterschiedliche Proben zu Beginn und bei weiterem Fortschritt der Produktionskampagne genommen. Nach der Compalox®-Passage wurden SO_2 -Gehalte zwischen 2 und 8 ppm festgestellt. (Analysenmethode: GC und Dräger-Meßröhrchen SO_2).

Patentansprüche

- 1. Verfahren zur Herstellung von gereinigtem SO_2F_2 aus SO_2F_2 , welches mit SO_2 verunreinigt ist, wobei man das mit SO_2 verunreinigte SO_2F_2 in einer Adsorptionsstufe mit Aluminiumoxid kontaktiert, um SO_2 abzutrennen.
- 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Adsorptionsstufe als ${\rm SO}_2$ adsorbierendes Agens nur Aluminiumoxid enthält.
- 3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man das SO_2F_2 vor und/oder nach der Adsorptionsstufe in mindestens einer Waschstufe mit Waschflüssigkeit kontaktiert.
- 4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß man das SO_2F_2 vor der Adsorptionsstufe in mindestens einer Waschstufe mit Wasser, einer schwach alkalischen Flüssigkeit oder einer oxidierenden Flüssigkeit kontaktiert.
- 5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die vor die Adsorptionsstufe geschaltete Waschstufe eine wäßrige Wasserstoffperoxidlösung enthält.
- 6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das mit SO_2 verunreinigte SO_2F_2 auch SO_2FC1 als Verunreinigung enthält, welches in der Adsorptionsstufe zwecks Abtrennung mit Aluminiumoxid kontaktiert wird.
- 7. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Aluminiumoxid aktiviertes Aluminiumoxid ist.
- 8. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man das die Adsorptionsstufe verlassende ${\rm SO_2F_2}$ einer Nachreinigung unterwirft.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Internal al Application No
PCT/EP 03/00917

A. CLASSIF IPC 7	CO1B17/45 BO1D53/02			
According to	International Patent Classification (IPC) or to both national classification	on and IPC		
B. FIELDS S	SEARCHED			
IPC 7	cumentation searched (classification system followed by classification CO1B BO1D			
	ion searched other than minimum documentation to the extent that suc		rched	
	ata base consulted during the international search (name of data base	and, where practical, search terms used)		
EPO-In	ternal, WPI Data, CHEM ABS Data			
C. DOCUME	ENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT			
Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relev	vant passages	Relevant to claim No.	
Х	US 4 950 464 A (FUJIOKA GEORGE S 21 August 1990 (1990-08-21) claims 1,29	ET AL)	1-8	
A	US 6 143 269 A (BORN THOMAS ET A 7 November 2000 (2000-11-07) abstract	iL)	3-5	
P.A	DE 101 11 302 A (SOLVAY FLUOR & D 12 September 2002 (2002-09-12) claim 1 abstract	DERIVATE) .		
A	DE 43 43 689 C (BINKER MATERIALSC GMBH) 20 October 1994 (1994-10-20 claim 3 abstract	CHUTZ))		
		-/ 		
X Furt	ther documents are listed in the continuation of box C.	X Patent family members are listed	in annex.	
° Special ca	ategories of cited documents:	"T" later document published after the inte	mational filing date	
	ent defining the general state of the art which is not dered to be of particular relevance	or priority date and not in contrict with cited to understand the principle or the	me application out	
"E" earlier	document but published on or after the International	invention "X" document of particular relevance; the c	claimed invention	
filing of the fi	ent which may throw doubts on priority claim(s) or	cannot be considered novel or canno involve an inventive step when the do	cument is taken alone	
citatio	n is cited to establish the publication date of another on or other special reason (as specified) nent referring to an oral disclosure, use, exhibition or	"Y" document of particular relevance; the cannot be considered to involve an in document is combined with one or me	ventive step when the	
other	means nent published prior to the international filing date but	ments, such combination being obvio in the art.	us to a person skilled	
later than the priority date claimed "a" document member or				
Date of the actual completion of the international search 29 April 2003		1 1 06 2003		
	malling address of the ISA	Authorized officer		
	European Patent Office, P.B. 5818 Patentiaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk			
1	Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	LINDA MELIN / EL'	Y	

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Internal Cal Application No
PCT/EP 03/00917

MIAN) DOCUMENTS CONSIDEDED TO BE DELEVANT	
ation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT	la di la di la di
Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
US 6 224 840 B1 (KIM SANG-DONE ET AL) 1 May 2001 (2001-05-01) abstract	
	·

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

Internal Application No
PCT/EP 03/00917

Patent document cited in search report		Publication date		Patent family member(s)		Publication date
US 4950464	Α	21-08-1990	JP JP	2935524 3005307	B2 A	16-08-1999 11-01-1991
US 6143269	A	07-11-2000	DE AT CN DE DK EP ES JP PT	1243803 59901044 978478 0978478	T A D1 T3 A1 T3 A	03-02-2000 15-04-2002 09-02-2000 02-05-2002 01-07-2002 09-02-2000 16-10-2002 29-02-2000 31-07-2002
DE 10111302	Α	12-09-2002	DE WO	10111302 02072472		12-09-2002 19-09-2002
DE 4343689	С	20-10-1994	DE	4343689	C1	20-10-1994
US 6224840	B1	01-05-2001	KR	222918	B1	01-10-1999

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 03/00917 A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES I PK 7 C01B17/45 B01D53/02 Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK **B. RECHERCHIERTE GEBIETE** Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole) CO1B B01D Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, sowelt diese unter die recherchierten Gebiete fallen Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evti. verwendete Suchbegriffe) EPO-Internal, WPI Data, CHEM ABS Data C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile Betr. Anspruch Nr. X US 4 950 464 A (FUJIOKA GEORGE S ET AL) 21. August 1990 (1990-08-21) 1-8 Ansprüche 1,29 Α US 6 143 269 A (BORN THOMAS ET AL) 3-5 7. November 2000 (2000-11-07) Zusammenfassung DE 101 11 302 A (SOLVAY FLUOR & DERIVATE) 12. September 2002 (2002-09-12) P,A Anspruch 1 Zusammenfassung DE 43 43 689 C (BINKER MATERIALSCHUTZ A GMBH) 20. Oktober 1994 (1994-10-20) Anspruch 3 Zusammenfassung Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen IXI X Siehe Anhang Patentfamille Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollicient, sondem nur zum Verständnis des der "A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist Erlindung zugrundellegenden Prinzips oder der ihr zugrundellegenden Theorie angegeben ist "E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

"L" Veröffentlichung, die geeignat ist, einen Prioritätsanspruch zwelfelhaft erschelnen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer
anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden
soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie
ausgeführt)

"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung,
eine Beruntzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach
dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheilegend ist *& Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist Datum des Abschlusses der internationalen Recherche Absendedatum des Internationalen Recherchenberichts 11 06. 2003 29. April 2003 Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Bevollmächtigter Bedlensteter Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentiaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016

Formblatt PCT/ISA/210 (Blatt 2) (Juli 1992)

LINDA MELIN / ELY



Internationales Aktenzeichen
PCT/EP 03/00917

	rung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN	mandan Talla	I Date Assessment
ategorie°	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht komm	nengen ielle	Betr. Anspruch Nr.
	US 6 224 840 B1 (KIM SANG-DONE ET AL) 1. Mai 2001 (2001-05-01) Zusammenfassung		
	·		

INTERNATIONAL RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen PCT/EP 03/00917

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie		um der entlichung
US 4950464 A	21-08-1990	JP 2935524 JP 3005307	7	·08-1999 ·01-1991
US 6143269 A	07-11-2000	DE 19834882 AT 215049 CN 1243803 DE 59901044 DK 978478 EP 0978478 ES 2173689 JP 2000063107 PT 978478	T 15-A 09-D1 02-T3 01-A1 09-T3 16-A 29-	92-2000 94-2002 92-2000 95-2002 97-2002 92-2000 10-2002 92-2000
DE 10111302 A	12-09-2002	DE 10111302 WO 02072472		09-2002 09-2002
DE 4343689 C	20-10-1994	DE 4343689	C1 20-	10-1994
US 6224840 BI	01-05-2001	KR 222918	B1 01-	10-1999